

R-FE-B BOND MAGNET PRODUCTION METHOD

Patent number: JP4075302
Publication date: 1992-03-10
Inventor: TATSUYA YUUICHI
Applicant: TOKIN CORP
Classification:
- international: B22F3/00; H01F1/08
- european: H01F1/057B8D
Application number: JP19900187848 19900718
Priority number(s): JP19900187848 19900718

[Report a data error here](#)**Abstract of JP4075302**

PURPOSE: To establish a method for reducing or eliminating the strain that occurs when an R.Fe.B based isotropic or anisotropic powder is mixed with a binding material by using a metal or alloy powder as the binding material and thereby attaining excellent magnetic characteristics. **CONSTITUTION:** A base alloy, which consists (wt.%) of Fe:65.8, Nd:29.8, Co:2.65, Pr:0.8, B:0.95 and is combined through the high-frequency induction melting method, is formed into a liquid quench thin sheet using a single roller in an Ar atmosphere. Next, a vibration mill is used to produce particles with an average size of 150μm. After this, vacuum heat treatment is performed for 1 hour at 700 deg.C to obtain an isotropic base powder. After 15vol% of annealed, 99.9% pure Cu powder (-500 mesh) is added to this base powder and mixed, the resulting mixed powder is placed in a die and formed under a pressure of 7ton/cm². Heat treatment follows for 30 minutes in an Ar atmosphere at a temperature between 200 deg.C-950 deg.C. Changes in magnetic and strength characteristics are examined before and after this heat treatment.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑪ 公開特許公報 (A) 平4-75302

⑫ Int. Cl.⁵
H 01 F 1/08
B 22 F 3/00識別記号
A 7371-5E
C 8015-4K
F 8015-4K

⑬ 公開 平成4年(1992)3月10日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全6頁)

⑭ 発明の名称 R·Fe·B系ボンド磁石の製造方法

⑮ 特願 平2-187848

⑯ 出願 平2(1990)7月18日

⑰ 発明者 立谷 雄一 宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号 株式会社トーキン内

⑱ 出願人 株式会社トーキン 宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

⑲ 代理人 弁理士 後藤 洋介 外2名

明細書

1. 発明の名称

R·Fe·B系ボンド磁石の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. R·Fe·B系(但し、RはYを含む希土類元素)粉末と接着材とを混合した混合物を圧縮成形して、R·Fe·B系ボンド磁石を製造する方法において、前記接着材として金属又は合金粉末を用いることを特徴とするR·Fe·B系ボンド磁石の製造方法。

2. 第1の請求項記載のR·Fe·B系ボンド磁石の製造方法において、前記接着材としての金属または合金粉末が超微粉末であることを特徴とするR·Fe·B系ボンド磁石の製造方法。

3. 第1又は第2の請求項記載のR·Fe·B系ボンド磁石の製造方法において、圧縮成形後、300℃~900℃の温度範囲内で熱処理することを特徴とするR·Fe·B系ボンド磁石の製造

方法。

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は、R·Fe·B系(但し、RはYを含む希土類元素)ボンド磁石の製造方法に関し、更に詳しくはボンド磁石化した状態で特性改善のため任意に熱処理を可能とする方法に関するものである。

【従来の技術】

近年、希土類元素(特に、Nd), Fe, Bを主成分とする母合金を急速凝固して得られる薄帯を粉砕した粉末に適度な熱処理を施した物質が磁気的に等方性を有し、高いエネルギー積を示すことが知られており、その粉砕粉末は、一般にR·Fe·B系等方性粉末と称されている。

一方、急速凝固した粉末を原料として熱間成形後熱間鋸込加工を施した積層体を解碎した粉末が極めて強い磁気的異方性を示し、前述の等方性粉末に比較して、より高い最大エネルギー積(B·H)

MAX を示すことが見い出された。

その応用製品として、同粉末と少量の接着材との混合物を任意形状に成形固化して得られる所謂異方性ボンド磁石としての用途が開発されつつあり、この2種類の粉末はそれぞれの持つ特徴及び性能を生かし様々な分野での使用が開始されている。

一方、更に高性能を有するボンド磁石の開発も盛んであり、以下に示す観点での検討が進められている。

- (1) 使用する磁性粉末の高性能化。
- (2) 成形時に不可避的に生ずる配向乱れによる磁気特性劣化の低減及び防止。
- (3) 成形時不可避的に生ずる歪による磁気特性劣化の低減及び防止。

尚、ここで上記(1)に関しては、例えば、添加物を含めた合金組成、急速凝固薄帯の作製条件、据込加工条件等の改良によって更に向上が図られている。

又、上記(2)に関しては異方性粉末にのみ関

係する問題があるが、熱間据込後のバルクから粉末を作型する際に成形時の配向性をも考慮した粉末方法、具体的には球形状を呈する粉末の作製方法の確立および特開平1-336379号に開示された様な造粒粉末の作製が試みられており着実に改善が図られている。

しかしながら上記(3)の歪による特性劣化の防止対策としては、歪を受けにくくする為の粉末形状の制御および潤滑剤の添加等の成形方式の検討が行なわれているが、基本的にボンド磁石の様に高圧力によって成形体の充填率を高めるプロセスにおいては歪の発生は不可避的であり根本的な防止対策は見い出せない状況となっている。ところでこの歪の問題は、先に開発された Sm-Co 系ボンド磁石においても共通の問題でありその対策としては、例えば、特開昭64-69002号公報に開示されている様に磁性粉末間の接着として水ガラス等の高耐熱性を有する材質を使用してボンド磁石を作製しその後高温で熱処理を施すことで歪を除去し、特性を回復させる方法がある。

【発明が解決しようとする課題】

本発明者も同様の方法が R・Fe・B 系 (R は Nd 等の Y を含む希土類元素) ボンド磁石においても適応出来るか否かの検討を行なう為に

- (1) 結着材を添加しない磁性粉末のみの成形体
 - (i) 磁性粉末に結着材として水ガラスを添加した成形体の2種類を作製後歪取りの熱処理を行なった結果、
 - (ii) の結着材を添加しない成形体においては成形後の磁気特性に著しい改善が見られたもの、
 - (iii) の結着材を有する成形体においては結着材と磁性粉末の反応が著しく磁気特性を逆に劣化させる問題点および薄肉形状の成形体では反り、一方厚肉形状の成形体では割れの発生の問題が見られ、これらの結果は水ガラス以外の高耐熱性を有する結着材においても同様に発生する問題点が見られ、結果として成形時に生ずる歪の対策は未だ確立されていない状況となっている。

そこで、本発明の技術的課題は R・Fe・B 系の異方性もしくは異方性粉末と結着材との混合物

を成形する際に生ずる歪を低減もしくは除去する方法を確立し優れた磁気特性を示す R・Fe・B 系ボンド磁石を製造する方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

本発明は前述した熱処理による成形体の歪除去の試験結果より鑑みて (i) 結着材との反応性、 (ii) 成形体の反り、割れの問題点が克服出来れば確実に磁気特性の向上効果が期待出来る点をふまえ、新たな結着材を種々の観点から検討、試験を行なった結果見い出されたものである。

本発明によれば、 R・Fe・B 系 (但し、 R は Y を含む希土類元素) 粉末と結着材とを混合した混合物を圧縮成形して、 R・Fe・B 系ボンド磁石を製造する方法において、前記結着材として金属又は合金粉末を用いることを特徴とする R・Fe・B 系ボンド磁石の製造方法が得られる。

また、本発明によれば、前記 R・Fe・B 系ボンド磁石の製造方法において、前記結着材としての金属または合金粉末が超微粉末であることを特

微とする R - Fe - B 系ボンド磁石の製造方法が得られる。

更に、本発明によれば、前記したいずれかの R - Fe - B 系ボンド磁石の製造方法において、圧縮成形後、300°C ~ 900°C の温度範囲内で熱処理することを特徴とする R - Fe - B 系ボンド磁石の製造方法が得られる。

即ち、本発明の最大の特徴は磁性粉末間の結着材として超微粉末金属、軟質の金属もしくは合金粉末を用いることにある、結果として

(1) 高温領域での磁性粉末との反応性がなく、たとえ反応が生じても僅かであれば磁気特性上の劣化は歪の除去による特性の回復効果に比較し極僅かとなる。

(2) 結着材も磁性粉末と同じ金属であることより膨張率がほぼ同等であり、反り、割れ等の発生が見られず熱処理後の急冷においても十分耐え得ると同時に僅かなゆがみ等は熱処理後の急冷においても十分耐え得ると同時に僅かなゆがみ等は熱処理後のサイジングによって修正が可能な程度の

用する際に最も懸念されたのは、成形体の強度であり、従来の有機結着材などの性能を何に確保するかで本発明の意義が決定する問題であったが、磁性粉末に比較して軟質性を有する金属および合金の粉末を採用することによりその解決策が見い出され、具体的には焼純により軟化された Cu、

Ag、Al、Fe、Ni、Co、Cu-Zn 合金、Fe-Ni 合金、ジュラルミン等の粉末を結着材とした際に従来の有機質結着材と同等もしくはそれ以上の強度を有する成形体が得られた。

次に、成形体の熱処理温度は実際に歪が回復可能な温度領域でなおかつ磁性粉末の結晶構造を変化させない領域で実施する必要があり、保る銀点から 300°C 以上 900°C 以下の範囲が最適条件となり、それより低い温度では歪除去の効果が見られず又それを越える温度では粉末自体の持つ特性を劣化させる結果となる。

なお、本発明では R - Fe - B 系（但し、R は Y を含む希土類元素）等方性および異方性粉末の効果を示したが、たとえば R として Nd を用い、

柔軟性を有することが確認出来た。

尚、結着材として超微粉末金属を用いる際に最も懸念されたのは成形体の強度であったが、超微粉末金属は一般に、（イ）比表面積が大きい、

（ロ）粉末の結着が 200°C 程度の低温域で容易に進行する等の特徴を有しており、その結果、成形時における磁性粉末とのからみ合いおよびその後の熱処理時の磁性粉末との結着効果が絶大であり、従来の有機結着材と同等の成形体強度の実現が可能となつた。

なお、超微粉末金属の作型法としては蒸発法が一般的であり、粒径 20 nm 程度の粉末の収集化は既に確立されている。

本発明において、超微粉末とは、粒径が数十 nm (ナノメータ) 程度の大きさで、透過型電子顕微鏡で観察可能な粉末であり且つ物性に物質固有の特性が支配し始めるオーダーの粉末を呼ぶ。

又、現在、具体的に使用出来る超微粉末金属としては Cu、Fe、Ag、Ni 等がある。

一方、結着材として金属もしくは金属粉末を採

用する際に最も懸念されたのは、成形体の強度であり、従来の有機結着材などの性能を何に確保するかで本発明の意義が決定する問題であったが、磁性粉末に比較して軟質性を有する金属および合金の粉末を採用することによりその解決策が見い出され、具体的には焼純により軟化された Cu、

この Nd を Dy、Pr 等の希土類で置換する場合、Fe の一部を Co に置換する場合、その他各種添加物を加えた合金系においても本発明を実施する上で制約条件ならないことは言うまでもなく、又使用する超微粉末金属も結着材としての機能を満足するものであれば同様に制約条件とはなり得ない。

【実施例】

次に、実施例をもって本発明の有効性を示す。

実施例 1

高周波誘導溶解法により組成 (wt%) が Fe : 85.8、Nd : 29.8、Co : 2.85、Pr : 0.8、B : 0.95 に調整した母合金を Ar 芬囲気中で单ロール装置を用いて液体急冷薄帯を作製し、次に振動ミルを用いて平均粒径を 150 μm となる様に調整後、700°C × 1 hr で真空熱処理を施し、等方性原料粉末を作製した。

次に同粉末に焼純された純度 99.9% 以上の Cu 粉末 (-500 mesh) を 15 vol % 添加し混合後、同混合粉末を金型内に挿入後成形圧力 7 ton/cm² で

成形を行なった。その後の熱処理は、Ar 芬囲気下で 200°C ~ 950°C の範囲で 30 分間行ない、熱処理前後の特性変化の評価を磁気特性、強度に関するものとした。なお、比較材には接着材として従来の有機質を使用したボンド磁石および接着材を使用しない成形体を採用した。その一連の結果を第 1 表に示す。

実施例 2.

実施例 1 の組成で作製した液体急冷薄帯を原料として熱間成形および熱間鋸込加工を施したバルク体をディスクミルによって粉碎し平均粒径 170 μm の異方性粉末を作製した。次に同粉末と焼純された純度 99.9% 以上の Cu, Ag, Al, Fe, Ni, Co, 粉末の各一種ずつを 1.5 vol % 添加混合し、同混合粉末の夫々を金型内に挿入後、印加磁場 15 kOe、成形圧力 7 ton/cm の平行磁場成形を行ない 6 種類の異方性ボンド磁石を作製した。又、各ボンド磁石を 300°C ~ 900°C の温度範囲内で所定時間の熱処理を行なった。その結果、本発明の実施例 2 のボンド磁石は、低

搅拌後同粉末を金型内に挿入し、成形圧力 7 ton/cm で成形体を作製した。次に同成形体の熱処理を Ar 芬囲気下 200°C ~ 950°C の範囲で 30 分間行ない、熱処理前後の特性評価を磁気特性および強度に関するものとした。なお比較材には接着材として従来の有機質を使用したボンド磁石、および接着材を使用しない成形体を採用した。一連の測定結果を第 3 表に示す。

実施例 5.

実施例 4 の組成で作製した液体急冷薄帯を原料として、熱間成形および熱間鋸込加工を施したバルク体をディスクミルで粉碎し平均粒径 170 μm の異方性粉末を作製した。

次に同粉末と低抗加熱法によって作製された Ag (平均粒径 20 nm) と、プラズマジェット法によって作製された Fe, Ni (平均粒径 20 nm) 等の超微粉末金属を 1.0 vol % 添加後、上述の方法と同様に混合後、同混合粉末を金型内に挿入し、印加磁場 15 kOe 成形圧力 7 ton/cm の平行磁場成形を行ない異方性ボンド磁石を作製した。又、

抗力強度が従来の有機接着材使用時に比較し同等以上でなおかつ、磁気特性上最高値を示した。

実施例 3.

実施例 1 の条件に添って作製した等方性粉末と Cu 粉末の混合物を原料として、外径 20 mm 内径 18 mm 高さ 15 mm の寸法からなるリングおよび直徑 40 mm 高さ 20 mm の寸法からなる肉厚の円板を作製し、熱処理を行なった際の成形体の外観に反り、割れ等の不良は見られないことを確認した。

実施例 4.

高周波誘導溶解法により組成 (wt%) が Fe: 85.8, Nd: 29.8, Co: 2.85, Pr: 0.8, B: 0.85 に調整した母合金を Ar 芬囲気に置換が可能な单ロール装置を用いて液体急冷薄帯を作製し、次に振動ミルを用いて平均粒径を 150 μm となる様に調整後 700°C × 1 hr で真空熱処理を施し等方性原料粉末を作製した。

次に同粉末に、低圧ガス中蒸発法によって作製された平均粒径 20 nm からなる純 Cu 超微粉末金属を 1.0 vol % 添加し Ar 芬囲気下の型混合機で

熱処理は 300°C ~ 900°C の間で所定時間行なった。

その結果として抵抗力強度が従来の有機接着材使用時に比較し同等以上でなおかつ磁気特性上最高値が得られた。このときの熱処理条件および特性値を第 4 表に示す。

実施例 6.

実施例 4 と同様な条件で作製した等方性粉末と純 Cu 超微粉末からなる混合物を原料として外径 20 mm, 内径 18 mm, 高さ 15 mm の寸法からなる薄肉状リングおよび直徑 40 mm 高さ 20 mm の寸法からなる厚肉状円板を作製し熱処理を行なった際の成形体の外観に反り、割れ等の不良箇所は見られないことを確認した。

以下余白

表 1 表

| 試 料 | 磁 気 特 性 | | | | | | | 強 度 (抵抗力) (kg/cm ²) | | | | | | | | |
|-----|---------------------------------------|------------------------------------|----------------------|------------|------------|------------|--------------|---------------------------------|------------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|-----|
| | 成形上り | | 熱処理温度 (°C) (保持0.5hr) | | | | | | 成形上り | 熱処理温度 (°C) (保持30分) | | | | | | |
| | | | 200 | 300 | 500 | 700 | 900 | 950 | | 200 | 300 | 500 | 700 | 900 | 950 | |
| 本発明 | 等方性粉末 + 15vol % Cu粉末 (-500mesh) | I Hc (kOe) (BH)max (MGoe) | 8.8 9.2 | 8.8 9.2 | 8.8 9.2 | 9.1 9.7 | 10.2 10.8 | 10.1 10.2 | 2.2 < 3 | 350 | 350 | 350 | 350 | 380 | 390 | 425 |
| 比較例 | 等方性粉末 + 15vol % 有機質 結着材 | I Hc (kOe) (BH)max (MGoe) | 8.8 9.2 | — — | — — | — — | — — | — — | — — | 340 | — — | — — | — — | — — | — — | |
| | 結着材を 使用しない 場合 | I Hc (kOe) (BH)max (MGoe) | 8.8 9.2 | 8.8 9.2 | 8.9 9.2 | 9.2 9.8 | 10.8 10.6 | 10.2 10.4 | 4.1 < 4 | 50 | 50 | 50 | 50 | 70 | 80 | 90 |

表 2 表

| 試 料 | 結着材の材質 | 熱処理条件 | | 磁気特性 | 抵抗力強度 (kg/cm ²) |
|-----|-----------------|------------|------------|--------------------------------|--------------------------------|
| | | 温度 (°C) | 時間 (hr) | | |
| 本発明 | Cu | 750 | 0.5 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 350 12.9 13.8 |
| | Ag | 750 | 0.5 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 400 12.9 13.9 |
| | Al | 820 | 1.0 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 450 12.6 13.5 |
| | Fe | 850 | 0.2 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 370 12.7 13.6 |
| | Ni | 850 | 0.2 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 340 12.7 13.5 |
| | Co | 850 | 0.2 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 330 12.6 13.6 |
| 比較例 | 有機質結着 材を使用 | — | — | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 430 11.7 12.4 |
| | 結着材を使用 しない場合 | 750 | 0.5 | I Hc(kOe) (BH)max (MGoe) | 70 13.0 14.0 |

*は成形直後のデータ

表3表

| 試 料 | 粉末の種類 | 磁 気 特 性 | | | | | | | 強度(抵抗力) (kg/cd) | | | | | | | |
|-------------|-------------------------------------|---------------------------------------|------------|-----------------|------------|------------|--------------|--------------|-----------------|------|---------------------|------------|------------|------------|----------|-----|
| | | 成形上り | | 熱処理温度 (0.5時間保持) | | | | | | 成形上り | 熱処理温度 (℃) (0.5時間保持) | | | | | |
| | | | | 200 | 300 | 500 | 700 | 900 | 950 | | 200 | 300 | 500 | 700 | 900 | 950 |
| 本 発 明 | 等方性粉末 + 10vol % Cu超微 粉 | 1Hc (kOe) (BH) max (MGOe) | 8.8 9.2 | 8.8 9.2 | 8.9 9.3 | 9.1 9.7 | 10.1 10.6 | 10.0 10.2 | 2.8 <3 | 340 | 360 350 | 380 380 | 380 390 | 390 400 | | |
| 比 較 例 | 等方性粉末 + 10vol % 有機質 結着材 | 1Hc (kOe) (BH) max (MGOe) | 8.8 9.2 | - - | - - | - - | - - | - - | - - | 320 | - - | - - | - - | - - | - - | |
| | 結着材を 使用しない 場合 | 1Hc (kOe) (BH) max (MGOe) | 8.8 9.2 | 8.8 9.2 | 8.9 9.2 | 9.2 9.8 | 10.3 10.6 | 10.2 10.4 | 4.1 <4 | 50 | 50 50 | 50 50 | 50 70 | 80 80 | 90 90 | |

表4表

| 試 料 | 結着材の材質 | 熱処理条件 | | 磁気特性 | | 抵抗力強度 (kg/cd) |
|-------------|----------------------------|-----------|------------|-------------------------------|-------------------|------------------|
| | | 温度 (℃) | 時間 (hr) | 1Hc(kOe) | (BH)max (MGOe) | |
| 本 発 明 | Ag (抵抗加熱法) | 500 | 0.5 | 1Hc(kOe) (BH)max (MGOe) | 12.8 13.8 | 390 |
| | Fe (プラズマ ジェット法) | 600 | 0.2 | 1Hc(kOe) (BH)max (MGOe) | 12.8 13.9 | 380 |
| | Ni (プラズマ ジェット法) | 550 | 0.2 | 1Hc(kOe) (BH)max (MGOe) | 12.7 13.8 | 340 |
| 比 較 例 | 有機質結着 材を使用 (10vol %) | - | - | 1Hc(kOe) (BH)max (MGOe) | 11.7 12.8 | 320 |
| | 結着材を使用 しない場合 | 750 | 0.5 | 1Hc(kOe) (BH)max (MGOe) | 13.0 14.0 | 70 |

*は成形直後のデータ

【発明の効果】

以上の説明から明らかな様に、本発明によるR-F-e-B系ボンド磁石の製造方法によれば、磁性粉末の成形時に不可避的に生ずる歪を除去する方法が確立されその結果として、高磁気特性、高強度を示すボンド磁石の製造が容易かつ安価に製造することが可能となり工業上の寄与には大なるものがある。

代理人 (7783) 瑞士 池田 慎保

